

1

明 細 書

インクジェット記録用水性顔料分散液、
インクジェット記録用インク組成物およびその製造方法

5

技術分野

本発明は、赤色ないしマゼンタ色のインクジェットインク用水性顔料分散液、
及びインクジェット記録用インク組成物を製造するための製造方法に関し、さら
に前記製造方法によって製造されたインクジェットインク用水性顔料分散液及び
10 インクジェット記録用インク組成物に関する。

背景技術

インクジェット記録用水性インクとして顔料を使用したインクが開発されてい
る。顔料を使用したインクは優れた耐水性、耐光性を期待できるものの、顔料の
15 凝集、沈降に伴う経時変化やノズルの目詰まりが新たな問題となっている。これ
を解決するため、樹脂を分散剤として用いて顔料を水性媒体中に分散させる方法
が行われる。樹脂を分散剤として使用して顔料を水性媒体中に分散させる方法と
しては、例えば酸価を有する樹脂を塩基性成分の存在下で水に分散した水溶液を
調製し、これに顔料を加えて十分攪拌した後、ペイントシェーカーやサンドミル
20 を用いて分散を行う方法が提案されている（特許文献1参照）。しかしながら、こ
の方法においては、前記分散に先立つ混練工程によって着色混練物を製造する過
程を経ないため、分散時間が長時間にわたり製造効率が低いという問題があった。
分散樹脂の選定も十分ではなく、この様にして得られた水性顔料分散液において
は、分散安定性は未だ不十分で、分散剤としての樹脂のみで長期間に渡って顔料
25 を安定に分散させることは困難であり、更にインクの吐出性、印刷画像の画質や
耐久性を同時に高いレベルで実現することは不可能で、長期保存安定性に優れた
顔料分散系水性インクジェット記録用インク組成物を提供するには至っていない。

分散剤として用いる樹脂組成についてはスチレン系樹脂が検討されており、カー
ボンブラックを分散させるための樹脂として、スチレンアクリル系樹脂（スチ

レン／アクリル酸／メタクリル酸＝７７／１０／３０、分子量７２００、及び８３００）を使用し、湿潤剤と水酸化ナトリウムを加えた混合物をペイントシェーカーで分散させるインクジェットインク用水性顔料分散液の例が知られている

- （特許文献２参照）。前記公報に記載された水性顔料分散液の製造方法によると、
- 5 微細なカーボンブラックの分散粒径を有する、分散安定性に優れたインクジェット記録用水性インクを製造でき、インク吐出性も良好であった。しかし、着色混練物を製造する混練工程を経ておらず、効果的な分散助剤も使用していないため、長期分散安定性の点で特にサーマルジェット方式のジェットインクプリンターに使用された時に不十分であった。この製造方法を一般的に分散が困難とされるアゾ顔料やキナクリドン顔料に対して適用すると、カーボンブラックほどは良好な分散性が得られない。
- 10

- 一方、顔料の分散状態を長期に渡って安定に保つために、分散剤としての樹脂の他に、種々の顔料誘導体を分散助剤として添加する試みが行われている。例えば顔料とスルホン酸基含有顔料誘導体を使用し、顔料表面に吸着したスルホン酸
- 15 基含有顔料誘導体の静電反発を利用する方法が提案されている（特許文献３参照）。この手法によれば、色材の分散安定性は向上するが、この色材を用いたインクによる印刷物は、色材表面の極性官能基の存在により水との親和性が高く、この方法では分散安定性の向上を前記顔料誘導体の添加のみに頼っているため耐水性が劣るといった問題が生じやすい。

- 20 更に、キナクリドン系顔料を色材として用いた水性顔料分散体又は記録用インクの分散性及び分散安定性を達成するために、キナクリドン系顔料とジメチルアミノメチル化キナクリドン化合物を併用したマイクロカプセル化顔料分散体が（特許文献４参照）、またキナクリドン系顔料と、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、キナクリドンスルホン酸系化合物、及びガラス転移点が－２０～
- 25 ６０℃のアニオン性基含有有機高分子化合物を含有する水性顔料分散体が提案されている（特許文献５参照）。しかしながら、これらの公報に記載のマゼンタ色水性顔料分散体は、使用する分散樹脂の選定と前記分散樹脂に適した混練方法の点では未だ未検討であり、分散レベル及び分散安定性の面で必ずしも十分に満足できるものではなかった。

この様に分散の困難なキナクリドン顔料を用いた良分散性の水性顔料分散液を製造することは、上記分散剤又は分散助剤の使用だけでは困難であった。

一方、水性顔料分散液の分散性向上のための製造工程における対処として、分散工程に先立ち、樹脂と顔料との混合物、又は、樹脂、水、水溶性有機溶剤からなる水性樹脂溶液と顔料との混合物を、予めロールで練肉することが行われている。
5 二本ロールによる練肉を用いる方法においては、上記混合物を混練して顔料を含む固形チップを製造し、前記固形チップに主に水と水溶性有機溶剤を添加してハイスピードミキサー、ホモジナイザー等で分散させて水性顔料分散液を得る方法が行われている（例えば特許文献6、7参照）。

10 樹脂溶液の製造を容易にするために、混練時に有機アミン化合物を添加することも行われており、特定の顔料誘導体も使用されている（例えば特許文献8参照）。重量平均分子量50000のスチレンアクリル系樹脂を用いて、二本ロールによる混練を経て水性顔料分散液が製造されている（例えば特許文献9参照）。

上記のような方法を用いることにより、確かに顔料はロール間でシェアを受けて細かく粉砕され、微細化された顔料の表面においては分散剤である樹脂による被覆が進行する。しかし、樹脂と顔料の混合物を最適な混練条件へと調整するために、溶剤を添加して樹脂を溶解したり、混合物全体を溶融して混練することが行われる。そのため前記混練物から水性顔料分散液を作製する際に、使用溶剤の除去や溶融混練物の解砕が必要で分散時間が長時間化し、必ずしも分散安定性の
15 良い水性顔料分散液が得られない。例えば二本ロールにおける混練は開放系で行われ、混練中に水、水溶性有機溶剤が蒸発して最終的には固形分比率の高い固形のチップ状となる。分散工程では、水、水溶性有機溶剤を添加して固形チップ状の顔料の粉砕と分散を行う必要があるが、一度分散剤である樹脂に被覆された顔料を粉砕するため顔料表面の樹脂被覆が不十分となりやすい。

25 この様に単に混練工程を経ただけでは、水性顔料分散液中の顔料は微細化され初期の分散性は向上するものの、長期間の、特にサーマルジェット式のインクジェットプリンターを想定した高温環境下における分散安定性は十分とは言えなかった。

特に分散の困難なキナクリドン系顔料の良好な水性分散体を得るためには、分

4

散剤としての樹脂及び分散助剤の選定を行い、前記樹脂による前記顔料表面の被覆や、前記分散助剤の前記顔料表面への吸着が効果的に実現される製造方法を用いることが極めて重要である。

しかし、分散性、長期分散安定性や、画像印刷時のインクジェット吐出性を同時に高いレベルで実現する、キナクリドン系顔料を含有したインクジェット記録用インク組成物の製造方法は未だ見いだされておらず、特に、サーマルジェット方式のインクジェット記録を良好に行うためのインクジェット記録用インク組成物、及び前記組成物を製造するためのインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法が強く求められていた。

- 10 特許文献1：特開平10-60332号公報
特許文献2：特開2002-256201号公報
特許文献3：特開2002-241638号公報
特許文献4：特開平9-151342号公報
特許文献5：特開2000-191974号公報
15 特許文献6：特開平6-157954号公報
特許文献7：特開2000-80299号公報
特許文献8：特開2001-81390号公報
特許文献9：特開平10-88042号公報

本発明の目的は、分散性及び分散安定性に優れ、高温で長期間放置しても粒径の増大が少なく、且つ粘度上昇も少なく印字安定性の優れた赤色ないしマゼンタ色のインクジェット記録用水性インク組成物、及びこれを製造するためのインクジェットインク用水性顔料分散液およびその製造方法を提供することである。

本発明の他の目的は、サーマルインクジェット記録方式に適したインクジェット記録用水性インク組成物を提供することである。

25

発明の開示

本発明者らはこの課題に関し鋭意検討の結果、以下の手段を用いることによって課題を解決するに至った。

すなわち本発明は、スチレン系樹脂とキナクリドン系顔料とフタルイミドメチ

ル化キナクリドン系化合物とアルカリ金属水酸化物、及び湿潤剤を含有する混合物を混練して固形の着色混練物を製造する混練工程と、前記固形の着色混練物を水性媒体中へ分散させる分散工程を有し、前記スチレン系樹脂は全モノマー成分に対して60質量%以上のスチレン系モノマー単位とラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸を含有するモノマー単位と、50～300の酸価、及び7500～40000の重量平均分子量を有することを特徴とするインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法を提供する。

本発明の製造方法によれば、混練工程においてキナクリドン系顔料、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、スチレン系樹脂、湿潤剤及びアルカリ金属水酸化物よりなる混合物を大きな剪断力で混練するため、キナクリドン系顔料が微粉へと解砕され、同時にアルカリ金属水酸化物の存在で水分散性を付与されたスチレン系樹脂が、微細化されたキナクリドン系顔料表面に効率的に吸着され、前記顔料表面が被覆される。特に本発明において使用するスチレン系樹脂は、60質量%以上もの高濃度のスチレン系モノマー単位を含むため、疎水性の顔料表面に対する吸着が良好であり、前記樹脂による顔料のカプセル化が進行しやすい。この結果、混練工程において効率良くカプセル化された顔料粒子が、分散工程においては速やかに水性媒体中へと分散する。同時に前記混練工程では分散助剤であるフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物が使用されており、高剪断力下における混練工程で前記キナクリドン系顔料の表面にフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物が良好に吸着し、立体障害による反発力によって前記混練物を分散させたときの水性顔料分散液の分散安定性が極めて向上する。このようにして製造された水性顔料分散液を更に水性媒体で希釈し、必要に応じて各種添加剤を添加することにより、顔料粒子の粒径が非常に小さく分散安定性の優れたインクジェット記録用水性インクを効率よく製造することができる。

さらに本発明は前記製造方法で製造されたことを特徴とするインクジェットインク用水性顔料分散液を提供する。

さらに本発明は前記製造方法で製造されたインクジェットインク用水性顔料分散液を主成分とすることを特徴とするインクジェット記録用インク組成物を提供する。

発明を実施するための最良の形態

以下に上記混練工程と分散工程において使用する各成分について説明を行い、各工程の詳細について更に記載する。

5

(1) スチレン系樹脂

本発明で使用するスチレン系樹脂は、(i)全モノマー成分に対して60質量%以上のスチレン系モノマー単位と(ii)ラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸を含有するモノマー単位を有し、酸価50～300、且つ重量平均分子量が7500～40000の範囲内の樹脂である。

ここで重量平均分子量とはGPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）法で測定される値であり、標準物質として使用するポリスチレンの分子量に換算した値である。測定は以下の装置及び条件により実施した。

送液ポンプ：島津製作所社製 商品名「LC-9A」、システムコントローラー：島津製作所社製 商品名「SIL-6B」、オートインジェクター：島津製作所社製 商品名「SIL-6B」、検出器：島津製作所社製 商品名「RID-6A」、データ処理ソフト：システムインスツルメンツ社製 商品名「Sic480II データステーション」。

カラム：日立化成工業社製 商品名「GL-R400（ガードカラム）」+「GL-R440」+「GL-R450」+「GL-R400M」、溶出溶媒：THF、溶出流量：2ml/min、カラム温度：35℃

本発明において使用するスチレン系樹脂は、スチレン系モノマー単位の含有量が多いため疎水性の顔料表面に対して良好な吸着性を有し、顔料表面をカプセル状に良好に被覆することができる。

25 スチレン系モノマーとしては公知の化合物を用いることができる。例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、 β -メチルスチレン、2,4-ジメチルスチレン、 α -エチルスチレン、 α -ブチルスチレン、 α -ヘキシルスチレンの如きアルキルスチレン、4-クロロスチレン、3-クロロスチレン、3-ブロモスチレンの如きハロゲン化スチレン、更に3-ニトロスチレン、4-メトキシスチレン、ビ

ニルトルエン等が使用できる。

スチレン系樹脂の原料であるスチレン系モノマー単位の使用比率は60～90質量%であることがより好ましく、中でも70～90質量%であることが特に好ましい。スチレン系モノマーの使用比率が60質量%未満であると、キナクリドン系顔料へのスチレン系樹脂の親和性が不十分となり、インクジェットインク用5 水性顔料分散液の分散安定性が低下する傾向がある。前記水性顔料分散液から得られるインクジェット記録用水性インク組成物の普通紙記録特性が劣化し、画像記録濃度が低下する傾向があり、更に耐水特性も低下する傾向がある。スチレン系モノマーの量が上記範囲であると、スチレン系樹脂の水性媒体に対する分散性10 を良好にすることができ、インクジェットインク用水性顔料分散液における顔料の分散性や分散安定性を向上させることができる。更に、インクジェット記録用水性インク組成物として使用した場合の印字安定性が良好になる。

スチレン系モノマーと共重合させるラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸としては、公知の化合物を使用することができる。例えば、ア15 クリル酸、メタクリル酸、 α -エチルアクリル酸、クロトン酸、 α -メチルクロトン酸、 α -エチルクロトン酸、イソクロトン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、メサコン酸、グルタコン酸、等が挙げられる。中でもアクリル酸、またはメタクリル酸を使用することが好ましく、両者を併用することが特に好ましい。アクリル酸とメタクリル酸を併用することによって、樹脂合成20 時の共重合性が向上して、樹脂の均一性が良くなる。この結果、保存安定性が良好であり、且つより微粒子化された顔料分散液が得られる傾向がある。

本発明で使用するスチレン系樹脂のモノマーとしては、スチレン系モノマー、アクリル酸、及びメタクリル酸の3種のモノマーを使用するのが好ましく、それらの総含有比率が、全モノマー成分に対して95質量%以上であることが、より25 分散性を高め、ガラス転移点を高くする上でも好ましい。

スチレン系樹脂には、スチレン系モノマー及びラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸以外の公知のモノマーを使用できる。そのようなモノマーの例としては、メチルアクリレート、*n*-プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、*sec*-ブチルアクリレート、*tert*-ブチルアクリレ

ート、2-エチルブチルアクリレート、1, 3-ジメチルブチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、n-ブチルメタクリレート、2-メチルブチルメタクリレート、ペンチルメタクリレート、ヘプチルメタクリレート、ノニルメタクリレート等のアクリル酸エステル類及びメタクリル酸エステル類; 3-エトキシプロピルアクリレート、3-エトキシブチルアクリレート、ジメチルアミノエチルアクリレート、ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシブチルアクリレート、エチル- α - (ヒドロキシメチル) アクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート、ヒドロキシエチルメタクリレート、ヒドロキシプロピルメタクリレートのようなアクリル酸エステル誘導体及びメタクリル酸エステル誘導体; フェニルアクリレート、ベンジルアクリレート、フェニルエチルアクリレート、フェニルエチルメタクリレートのようなアクリル酸アリールエステル類及びアクリル酸アラルキルエステル類; ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ビスフェノールAのような多価アルコールのモノアクリル酸エステル類あるいはモノメタクリル酸エステル類; マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチルのようなマレイン酸ジアルキルエステル、酢酸ビニル等を挙げることができる。これらのモノマーはその1種又は2種以上をモノマー成分として添加することができる。

本発明で使用するスチレン系樹脂の重量平均分子量は7500から40000の範囲であるが、7500から30000の範囲内にあることがより好ましい。中でも、10000~25000の範囲内にあることが特に好ましい。重量平均分子量が7500未満であると、キナクリドン系顔料の初期の分散小粒径化は容易であるが、インクジェットインク用水性顔料分散液の長期保存安定性が悪くなる傾向にあり、顔料の凝集等による沈降が発生する場合がある。スチレン系樹脂の重量平均分子量が40000を超えると、これを用いたインクジェットインク用水性顔料分散液から調製したインクジェット記録用インク組成物の粘度が高くなって、特にサーマルジェット方式のインクジェット記録においてインクの吐出安定性が不安定になる傾向にある。

スチレン系樹脂のガラス転移点は90℃以上であることが好ましく、100℃

～150℃の範囲であることが更に好ましい。ガラス転移点が90℃以上であると、インク組成物の熱安定性が向上する。このため前記水性顔料分散液から作製されたインクジェット記録用水性インク組成物をサーマルジェット方式のインクジェット記録用に用いても、繰り返し加熱によって吐出不良を起こすような特性

5 変化を生じず、好ましい。

スチレン系樹脂の製造方法としては、通常の重合方法を採用することが可能で、溶液重合、懸濁重合、塊状重合等、重合触媒の存在下に重合反応を行う方法が挙げられる。重合触媒としては、例えば、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサノ-1-カルボニトリル)、ベンゾイルパーオキシド、ジブチルパーオキシド、ブチルパーオキシベンゾエート等が挙げられ、その使用量はビニルモノマー成分の0.1～10.0質量%が好ましい。

本発明で使用するスチレン系樹脂はランダム共重合体でもよいが、グラフト共重合体であってもよい。グラフト共重合体としてはポリスチレンあるいはスチレンと共重合可能な非イオン性モノマーとスチレンとの共重合体が幹又は枝となり、
15 アクリル酸、メタクリル酸とスチレンを含む他のモノマーとの共重合体を枝又は幹とするグラフト共重合体をその一例として示すことができる。スチレン系樹脂は、このグラフト共重合体とランダム共重合体の混合物であってもよい。

20 (2) キナクリドン系顔料

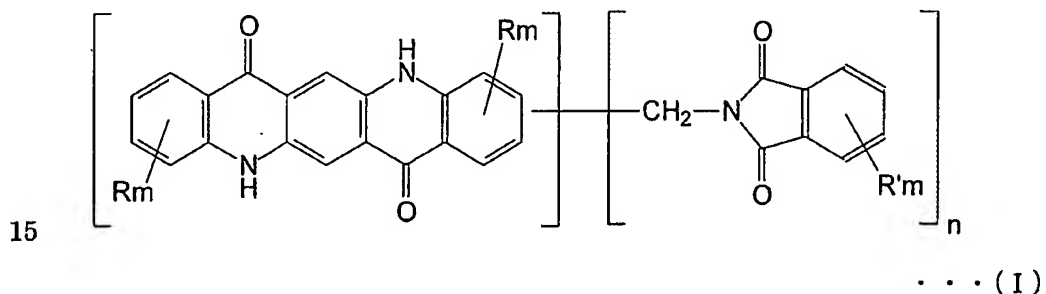
本発明において用いられるキナクリドン系顔料としては、公知慣用のものがいずれも使用でき、具体例としては、C. I. ピグメントレッド122等のジメチルキナクリドン系顔料、C. I. ピグメントレッド202、C. I. ピグメントレッド209等のジクロロキナクリドン系顔料、C. I. ピグメントバイオレット19等の無置換キナクリドン、及びこれらの顔料から選ばれる少なくとも2種以上の顔料の混合物若しくは固溶体を挙げることができる。顔料は粉末状、
25 顆粒状あるいは塊状の乾燥顔料でもよく、ウェットケーキやスラリーでもよい。上記キナクリドン系顔料の中では、C. I. ピグメントレッド122が好ましい。

(3) アルカリ金属水酸化物

本発明において使用するアルカリ金属水酸化物としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム等が使用できるが、特に、水酸化カリウムを使用することが好ましい。アルカリ金属水酸化物の添加量は、スチレン系樹脂が有する全カルボキシル基を中和するために必要な量の0.8～1.2倍に相当する量であることが好ましい。本発明において使用するスチレン系樹脂は、混練によって前記樹脂中のカルボキシル基がアルカリ金属水酸化物によって中和することにより、優れた水分散性を獲得する。

10 (4) 分散助剤

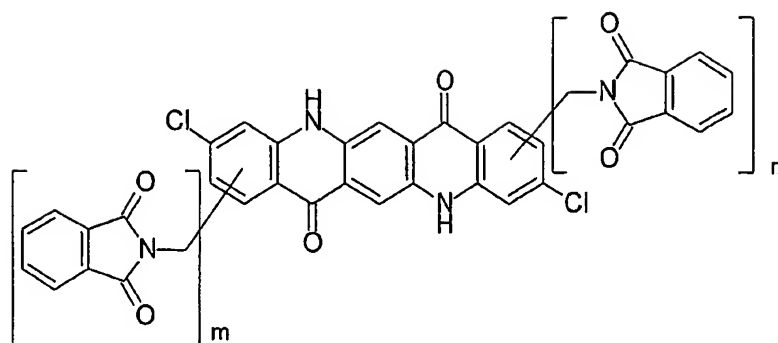
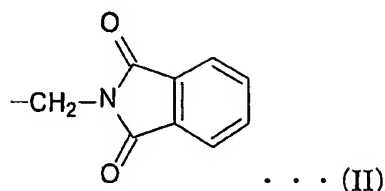
本発明で使用するフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物は、例えば無置換キナクリドン、ジメチルキナクリドン、ジクロロキナクリドン等と、フタルイミド及びアルデヒドを濃硫酸中で反応させることにより合成することができ、下記式(I)で表される化合物であることが好ましい。



(式中、RとR'とは互いに独立的に水素、ハロゲン、C1～C5のアルキルまたはC1～C5のアルコキシであり、mは0、1または2であり、nは1～4である)

20 nとしては1～2であることがさらに好ましい。

式(I)で表される化合物の中でさらに好ましい化合物の具体例としては、下記式(II)で表される基を有する下記式(III)で表される化合物である。



(式中、 m 及び n はそれぞれ独立的に0、1又は2を表す。但し、 m と n が共に0となることはない。)

本発明で使用する最も好ましい化合物としては、式(II)で表される基を1分子あたり平均1～2個有する化合物である。特に、1分子あたり平均1～1.5個有する化合物であることが特に好ましい。式(II)で表される基が1分子あたり平均1個未満であると分散安定性に対する効果が現れにくく、1分子あたり平均2個を越えると、滲み等、インクジェット記録用インク組成物としての特性を低下させる可能性がある。

本発明においては、キナクリドン系顔料と、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物との合計に占めるフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の割合が、1から20質量%であることが好ましく、2から15質量%であることがより好ましい。フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の割合が、1質量%未満であると、併用する効果が発現されにくく、20質量%を超えるとインクジェットインク用顔料分散液及びインクジェット記録用インク組成物の保存安定性が極度に低下する。

本発明では使用する分散助剤のうちもう一方のものは、キナクリドンスルホン酸系化合物である。キナクリドンスルホン酸系化合物としては、公知慣用のもの

が使用できる。例えば無置換キナクリドン、ジメチルキナクリドン、ジクロロキナクリドン等を公知の方法により濃硫酸等と反応させることで合成できるキナクリドンスルホン酸類、及びそのナトリウム、アルミニウム、カルシウム等の金属塩類、ならびにそのアンモニウム、オクタデシルアンモニウム、ジドデシルアンモニウム、ジメチルオクタデシルアンモニウム、ジメチルジオクタデシルアンモニウム、ベンジルジメチルオクタデシルアンモニウム等のアンモニウム塩類が挙げられる。これらの中でも、アルカリ金属塩であることが好ましい。

- より具体的には、本発明で使用するキナクリドンスルホン酸系化合物としては、
3, 10-ジクロロキナクリドンスルホン酸のアルカリ金属塩が好ましく、
3, 10-ジクロロキナクリドンスルホン酸ナトリウム塩が更に好ましい。

本発明においては、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物及びキナクリドンスルホン酸系化合物は、キナクリドン系顔料には含まれないものとする。

(5) 湿潤剤

- 本発明に使用される湿潤剤としては、従来インクジェット記録用水性インクに使用される公知の湿潤剤が使用でき、そのような湿潤剤としては、例えばグリセリン、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、1, 3-プロパンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、1, 2-ヘキサンジオール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等のポリオール類；ジエチレングリコールモノブチルエーテル、テトラエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル等の多価アルコールアルキルエーテル類；エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノベンジルエーテル等の多価アルコールアリールエーテル類等が挙げられる。

これら湿潤剤は通常本発明で用いるスチレン系樹脂に対して貧溶媒であるが、アルカリ金属水酸化物の添加により、混練時の前記スチレン系樹脂の分散性が向上する。このため、前記湿潤剤存在下の混練で、キナクリドン系顔料、スチレン

系樹脂を含有する良好な固形着色混練物が形成される。

- これらの湿潤剤は1種または2種以上を混合して用いることができる。特に、沸点が170℃以上、より好ましくは200℃以上の湿潤剤を用いると、混練操作中にこれら湿潤剤が揮散しにくく、着色混練物の固形分比率を一定に保ちつつ
- 5 混練を進行させることができる。またこれら湿潤剤は、水性顔料分散液やインクジェット記録用水性インクにおいて、湿潤剤、乾燥防止剤としての役割も果たすため、高沸点、低揮発性で、高表面張力の常温で液体の多価アルコール類が好ましく、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール等のグリコール類がさらに好ましい。このような湿潤剤を用いて混練を行うことによって、たとえ長時間
- 10 にわたる混練操作でも、湿潤剤の揮散は少なく再現性の良好な混練を行うことができる。

以下の本発明の製造方法の各工程の詳細について記載する。

(6) 水性顔料分散液の製造方法

- 15 以下に本発明における混練工程及び分散工程の詳細と、前記フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、キナクリドンスルホン酸系化合物等の分散助剤の使用方法の詳細について記載する。

a. 混練工程

- 20 本発明における混練工程においては、キナクリドン系顔料、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、60質量%以上のスチレン系モノマー単位と、ラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸を有するモノマー単位と、50～300の酸価、及び7500～40000の重量平均分子量を有するスチレン系樹脂、アルカリ金属水酸化物、及び湿潤剤を含有する混合物を混練する。
- 25 本混練工程において、スチレン系樹脂は、前記樹脂中のカルボキシル基がアルカリ金属水酸化物によって中和されることにより分散性が増し、湿潤剤により膨潤して表面が軟化しキナクリドン系顔料とともにひとかたまりの混合物を形成する。前記混合物は常温では固形であるが50～90℃の混練温度では極めて強い粘調性を有するため、混練時に前記混合物に大きな剪断力を加えることができ、キナ

クリドン系顔料は微粒子へと解砕され、さらに前記微粒子表面が前記スチレン系樹脂によって被覆される。フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物は、高剪断力下における混練によって解砕されたキナクリドン系化合物の表面に効果的に吸着される。

- 5 前記混練工程では、混練温度（M t）は高剪断力下における混練が可能となるよう前記スチレン系樹脂の温度特性に応じて適宜調整することができるが、混練温度（M t）と前記スチレン系樹脂のガラス転移点（T g）とが以下の式を満たす温度範囲で混練することが好ましい。

$$T g - 40 \leq M t \leq T g$$

- 10 このような関係式を満たす混練温度で混練する事により、混練中に前記樹脂の熔融によって混練粘度が減少して剪断力が低下し混練が不十分となることがない。液体成分の揮散が少なく、混練終了後の着色混練物の固形分比が上昇しにくい。さらにガラス転移点（T g）との差が40℃以下の混練温度（M t）で混練することにより、混練の初期段階で樹脂と顔料が一体化し以後の混練工程が極めて効率的に進行する。ここで混練温度とは混練工程におけるパス温度である。混練物自体の温度は剪断エネルギーが加わることにより、パス温度以上に達する。このように製造された混練終了後の混練物は液体分を多く含み、次段の分散工程においては混練工程で微細化され、カプセル化されたキナクリドン系顔料の水性媒体中への分散が非常に容易に行われる。このため一度前記顔料を被覆した前記樹脂
- 15 や前記顔料に吸着された前記分散助剤が脱離しにくく、これらが前記水性媒体中に分散された前記キナクリドン系顔料の凝集を防ぎ、分散安定性を向上させる。

- 本願発明の水性顔料分散液の製造方法においては、分散助剤としてキナクリドンスルホン酸系化合物を併用することが分散安定性の向上の点で好ましく、キナクリドンスルホン酸系化合物は混練工程において、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物と併用することができる。
- 25

本発明の水性顔料分散液の製造方法における混練工程においては、アルカリ金属水酸化物と湿潤剤の存在下でスチレン系樹脂が膨潤状態となって軟化するため、前記樹脂を溶解させるための溶剤を添加する必要がなく、混練後に前記溶剤を留去する工程が不要のため生産効率が高い。

樹脂のガラス転移温度以下の温度で効率的な混練を行うことができる本発明の製造方法は、熔融しにくいために混練が困難とされる高T_gの樹脂を用いた水性顔料分散液の製造に適しており、サーマルジェット方式のインクジェット記録に用いられるインクジェット記録用水性インクの製造に適している。本製造方法を用いることにより、サーマルジェット方式のインクジェット記録用インク組成物に好適な高いガラス転移点を有する樹脂を、低温度で混練し水性媒体に分散させることができ、熱安定性の良い水性顔料分散液を容易に製造することができる。

本発明の混練工程において、混練中の固形分比を一定値以内におさめ、安定した剪断力が終始着色混練物に加わるようにするためには、湿潤剤等の揮散を抑えることができる閉鎖系又は閉鎖系となりうる混練機が好ましく、攪拌槽と、攪拌槽の蓋、一軸あるいは多軸の攪拌羽根を備えた混練機を用いると好ましい。攪拌羽根の数は特に限定しないが、高い混練作用を得るためには二つ以上の攪拌羽根を有するものが好ましい。

このような構成の混練機を用いると、混練工程を経て水性顔料分散液用の着色混練物を製造した後、前記混練物を取り出さずに同一攪拌槽中で直接希釈し、そのまま攪拌して初期の分散を施したり、分散を進行させて水性顔料分散液を製造したりすることが可能である。

このような装置としてはヘンシェルミキサー、加圧ニーダー、バンバリーミキサー、プラネタリーミキサー等が例示され、特にプラネタリーミキサーが好適である。プラネタリーミキサーとはプラネタリー型混練装置のことであり、遊星運動を行う攪拌羽根を有する混練装置の総称である。(以下プラネタリーミキサーとの呼称を用いる。)

本発明の製造方法においては、顔料と樹脂を含有する固形分濃度の高い着色混練物の混練を行うため、混練物の混練状態に依存して粘度が広い範囲で変化しますが、プラネタリーミキサーは特に低粘度から高粘度まで広範囲に対応することができ、混練開始から混練後の希釈を含む分散工程への移行段階を同一機種内で連続的に実施することができる。更に湿潤剤の追加も容易で減圧蒸留も可能であり混練時の粘度及び剪断力の調整が容易である。

このように混練工程から連続的に希釈を行うことによって、顔料表面をカプセ

ル状に被覆した樹脂中のアニオン性の親水性基を、カプセル状態を保ちつつ徐々に周囲の水性媒体の方向に配向させていくことが可能であり、水性媒体に対する濡れ性が良好で且つ安定な被覆状態を実現できる。

本発明の製造方法において、スチレン系樹脂の膨潤状態を保ちつつ、キナクリ
5 ドン系顔料との混練を高粘度下で効率的に行うには、混練中のスチレン系樹脂と、
キナクリドン系顔料、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、及びキナク
リドンスルホン酸系化合物を含む混練物の固形分比率が、50～80質量%であ
ることが好ましく、60～80質量%の範囲であることが更に好ましい。固形分
10 比率が50質量%未満では混合物の粘度が低下するため、混練が十分に行われな
くなりやすく、顔料の解砕が不十分となる傾向がある。一方、固形分比率を50
～80質量%の範囲に維持することによって、混練中の着色混練物の粘度を適度
に高く保ち、混練機から着色混練物にかかるシェアを大きくして、着色混練物中
の顔料の粉碎と、前記顔料の樹脂による被覆を同時に進行させることができる。
但し固形分比率が80質量%を超えると、たとえ加温して樹脂を十分に軟化させ
15 たとしても混練が困難になりやすく、分散工程で水性媒体中に前記着色混練物を
分散させにくくなる可能性がある。

混練工程においては必要に応じて湿潤剤の他に適宜水を加えて混練を行なってもよい。

本発明の製造方法における混練工程において固形のインクジェットインク用着
20 色混練物を製造するときは、前記着色混練物における、キナクリドン系顔料とフ
タルイミドメチル化キナクリドン系化合物、及びキナクリドンスルホン酸系化合物との合計100質量部に対するスチレン系樹脂の使用量は10～50質量部であることが好ましく、10～40質量部であることがさらに好ましい。スチレン系樹脂の使用量が10質量部未満であると、インクジェットインク用水性顔料分散液の分散安定性が低下するとともに、インクジェット記録用インク組成物を調製した時、印刷物の耐摩擦性が低下する傾向にある。一方、50質量部を超えた場合にはインクジェット記録用インク組成物の粘度が高くなりすぎる傾向がある。

混練工程において使用されるアルカリ金属水酸化物は、アルカリ金属水酸化物の水溶液、又は有機溶剤溶液として添加する。この場合、アルカリ金属水酸化物

の水溶液又は有機溶剤溶液の濃度は、20質量%～50質量%であることが好ましい。アルカリ金属水酸化物を溶解する有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール、等のアルコール系溶剤を用いることが好ましい。中でも、本発明の製造方法では、アルカリ金属水酸化物の水溶液を用いることが好ましい。

前記アルカリ金属水酸化物はスチレン系樹脂が有する全カルボキシル基を中和するために必要な量の0.8～1.2倍に相当する量であることが好ましい。

混練工程における湿潤剤の添加量は、キナクリドン系顔料とフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物の合計100質量部に対して、40～80質量部の範囲内が好ましい。湿潤剤の量が80質量部より多いと、固形分濃度が低下するため十分な剪断力を負荷することができなくなる傾向がある。40質量部より少ないと、固形物同士を融合して混練に適した混合物とすることが困難となりやすく、やはり十分な剪断力を負荷することができにくくなる傾向がある。この結果キナクリドン系顔料を十分に粉碎し且つスチレン系樹脂をその表面に吸着させにくくなり、均一なインクジェットインク用着色混練物が得られなくなる傾向がある。

さらに湿潤剤は、使用する樹脂によっても異なるが、通常は仕込みの混合物中に10～50質量%配合することが好ましく、20～40質量%配合することがさらに好ましい。その添加量は、使用する湿潤剤によっても異なるが、樹脂量の1/2～5倍程度が好ましく、樹脂量の2～4.5倍程度がさらに好ましい。湿潤剤の量が樹脂量の1/2未満では樹脂を混練に適した状態へと膨潤状態とし、軟化させることができず、顔料の分散安定性が低下するおそれがある。5倍を超えると混練時の混合物粘度が低下し、十分な混練が行えないため、顔料の分散性が低下し、インクジェット記録用水性インクを製造したときに、吐出不良等の画質低下を生じさせるおそれがある。

b. 分散工程

混練工程を終了した水性顔料分散液用の着色混練物は、常温で固体状の混練物である。分散工程においては、このインクジェットインク用着色混練物を水性媒

体中に希釈後、分散処理を行ってインクジェットインク用水性顔料分散液を製造する。分散処理を行うことによって、インクジェットインク用水性顔料分散液中の粗大分散粒子が更に粉碎され、より分散粒子の粒径が微細化されることによって、インクジェット記録用インク組成物の吐出安定性、印字濃度等のインクジェット特性が改善される。本願の製造方法においては、分散工程のインクジェットインク用着色混練物中のキナクリドン系顔料は、混練工程において既に解砕されており、分散剤である樹脂によって被覆され、さらにフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物やキナクリドンスルホン酸系化合物等の分散助剤も顔料表面に吸着しているので、水に対する分散性が良好となっている。このためキナクリドン系顔料は水性媒体中に短時間で容易に分散し製造効率が向上する。

本願発明の水性顔料分散液の製造方法においては分散安定性向上のために、分散助剤としてキナクリドンスルホン酸系化合物を併用してもよく、キナクリドンスルホン酸系化合物は分散工程において添加してもよい。キナクリドンスルホン酸系化合物が分散工程で添加される時は、混練工程を終了した着色混練物とともに水性媒体中に均一に分散され、キナクリドン系顔料の表面に広く行き渡り吸着する。

キナクリドンスルホン酸系化合物を分散工程で使用するには、まず前記化合物の添加なしで前記着色混練物の水性媒体中への分散を行い、しかる後キナクリドンスルホン酸系化合物を添加して後半の分散工程を行うことが好ましい。

フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物を併用するときは、混練工程から双方の助剤を併用して着色混練物を製造し、前記混練物を水性媒体中に分散させてインクジェットインク用水性顔料分散液とする方が、分散安定性が一層改良される結果となり好ましい。

本発明においては、キナクリドン系顔料 100 質量部に対するフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物の使用量は、それぞれ 2 質量部以上であって、且つフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物が併用される場合の総量は 4 ～ 20 質量部であり、4 ～ 15 質量部であることがさらに好ましい。使用量が上記の範囲であるとインクジェットインク用水性が顔料分散液及びインクジェット記録用インク組

成物の保存安定性が良好である。

インクジェットインク用水性顔料分散液に占める、キナクリドン系顔料の量は5～25質量%であることが好ましく、5～20質量%であることがより好ましい。キナクリドン系顔料の量が5質量%より少ない場合は、インクジェットインク用水性顔料分散液から調製したインクジェット記録用インク組成物の着色が不十分であり、十分な画像濃度が得られない傾向にある。逆に25質量%よりも多い場合は、インクジェットインク用水性顔料分散液において顔料の分散安定性が低下する傾向がある。

本発明において、水性媒体とは、水、又は水と湿潤剤とを主成分とする。ここで用いる湿潤剤としては、第1の工程における混練時に使用したものと同様のものをを用いることができる。

分散工程に用いる分散機は、公知のものを用いることができ、例えば、メディアを用いたものではペイントシェーカー、ボールミル、ナノミル、アトライター、バスケットミル、サンドミル、サンドグラインダー、ダイノミル、ディスパーマツト、SCミル、スパイクミル、アジテーターミル等が挙げられる。メディアを用いないものとしては、超音波ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、ナノマイザー、アルティマイザー、デゾルバー、ディスパー、高速インペラー分散機等が挙げられ、これらのうちの一つを単独で用いてもよく、2種類以上の装置を組み合わせて用いてもよい。これらの中でもメディアを用いた分散機は分散能力が高いため好ましい。分散後に必要に応じて水性媒体で濃度調整を行ってもよい。

用いる分散機の種類によっては、分散機で分散（本分散）を行う前に、必要に応じて混練工程終了後の着色混練物に水性媒体を添加し、混合、希釈して、前記分散機で処理するのに適した粘度に予め調整すると好ましい（以下、この粘度調整されたものを粘度調整物と呼ぶ場合がある）。この粘度調整は混練工程で攪拌槽と攪拌羽根を有する混練装置を用いた場合には前記攪拌槽中で着色混練物の取り出し前に行うことができる。

例えばサンドミルを用いる時には、固形分濃度で10～40質量%となる様に希釈し数十～数百 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ の粘度に調整した後にサンドミルに移送して分散を行うと好ましい。

着色混練物を希釈する際の水性媒体はインクジェットインク用水性顔料分散液の乾燥防止、及び分散処理実施時の粘度調整の必要性から湿潤剤を含んでいてもよく、その量はインクジェットインク用着色混練物中の湿潤剤と合わせて、インクジェットインク用水性顔料分散液中に3～50質量%であることが好ましく、

5 5～40質量%であることがより好ましい。3質量%未満では、乾燥防止効果が不十分となる傾向にあり、50質量%を超えると分散液の分散安定性が低下する傾向にある。インクジェットインク用着色混練物の製造時に用いられる湿潤剤と、これを希釈する際に用いられる水性媒体中に使用される湿潤剤は、同一でもよく、異なってもよい。

10

(7) インクジェット記録用インク組成物の調整

本発明のインクジェット記録用インク組成物は、上述のようにして得られた水性顔料分散液を、更に水性媒体にて希釈して製造することができる。本発明のインクジェットインク用水性顔料分散液から調製するインクジェット記録用インク

15 組成物に占める、キナクリドン系顔料の量は、十分な画像濃度を得る必要性と、インク中での分散粒子の分散安定性を確保するために、2～10質量%であることが好ましい。

水性顔料分散液を希釈する水性媒体には湿潤剤が配合されていると、インクジェット記録用インク組成物において、乾燥防止、粘度調整、濃度調整に寄与するため好ましい。水性媒体としては上述の水性顔料分散液用の着色混練物を分散するために用いたものと同様のものを例示することができる。乾燥防止を目的とする湿潤剤のインク中の含有量は3～50質量%であることが好ましい。

20

インクジェット記録用インク組成物を調製する場合、被記録媒体への浸透性改良や記録媒体上でのドット径調整を目的として浸透剤を添加することができる。

25 浸透剤としては、例えばエタノール、イソプロピルアルコール等の低級アルコール、エチレングリコールヘキシルエーテルやジエチレングリコールブチルエーテル等のアルキルアルコールのエチレンオキシド付加物やプロピレングリコールプロピルエーテル等のアルキルアルコールのプロピレンオキシド付加物等が挙げられる。インク中の浸透剤の含有量は0.01～10質量%であることが好まし

い。

インクジェット記録用インク組成物を調製する場合、表面張力等のインク特性を調整するために、界面活性剤を添加することができる。このために添加することのできる界面活性剤は特に限定されるものではなく、各種のアニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等が挙げられ、これらの中では、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤が好ましい。

アニオン性界面活性剤としては、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アルコールエーテルの硫酸エステル塩及びスルホン酸塩、高級アルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩等が挙げられ、これらの具体例として、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸塩、モノブチルフェニルフェノールモノスルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、ジブチルフェニルフェノールジスルホン酸塩等を挙げることができる。

ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、脂肪酸アルキロールアミド、アルキルアルカノールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマー、等を挙げることができる。これらの中では、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂

肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸アルキロールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマーが好ましい。

- 5 その他の界面活性剤として、ポリシロキサンオキシエチレン付加物のようなシリコン系界面活性剤；パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテルのようなフッ素系界面活性剤；スピクリスポール酸、ラムノリピド、リゾレシチンのようなバイオサーファクタント等も使用することができる。これらの界面活性剤は、単独
10 で用いることもでき、2種類以上を混合して用いることもできる。界面活性剤の溶解安定性等を考慮すると、そのHLBは、7～20の範囲であることが好ましい。

- 界面活性剤を添加する場合は、その添加量はインクジェット記録用インク組成物の全質量に対し、0.001～1質量%の範囲が好ましく、0.001～0.
15 5質量%であることがより好ましく、0.01～0.2質量%の範囲であることが更に好ましい。界面活性剤の添加量が0.001質量%未満の場合は、界面活性剤添加の効果が得られない傾向にあり、1質量%を超えて用いると、画像が滲む等の問題を生じやすくなる。

- 本発明のインクジェットインク用水性顔料分散液を用いてインクジェット記録
20 用インク組成物を調製する場合は、必要に応じて防腐剤、粘度調整剤、pH調整剤、キレート化剤、可塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等をも添加することができる。

- インクジェット記録用インク組成物を調製する場合は、粗大粒子が、ノズル詰まり、その他の画像特性を劣化させる原因になるため、インク調製後に、遠心分離、あるいは濾過処理等により粗大粒子を除去してもよい。
25

このインクジェット記録用インク組成物は、インクジェット記録用のインクとして好適に用いることができる。適用するインクジェットの方式は特に限定するものではないが、荷電制御型、スプレー型等の連続噴射型、ピエゾ方式、サーマル方式、静電吸引方式等のオンデマンド型、等の公知のものを例示することがで

きる。中でも、サーマルインクジェット記録方式のプリンターに使用することが好ましい。

実施例

- 5 以下、本発明の実施例を示して詳しく説明する。特に断りが無い限り「部」は「質量部」、「%」は「質量%」である。本実施例、比較例において用いた樹脂は以下の通りである。

樹脂A：モノマー組成比において、スチレン／アクリル酸／メタクリル酸＝77
10 /10/13（質量比）であり、重量平均分子量7700、酸価151mg KOH/g、ガラス転移点107℃である樹脂。

樹脂B：モノマー組成比において、スチレン／アクリル酸／メタクリル酸＝77
/10/13（質量比）であり、重量平均分子量11000、酸価152mg KOH/g、ガラス転移点107℃である樹脂。

15 樹脂C：モノマー組成比において、スチレン／アクリル酸／メタクリル酸＝77
/10/13（質量比）であり、重量平均分子量20000、酸価151mg KOH/g、ガラス転移点107℃である樹脂。

樹脂D：モノマー組成比においてスチレン／メタクリル酸＝77/23（質量比）
であり、重量平均分子量10700、酸価146mg KOH/g、ガラス転移点
20 116℃である樹脂。

樹脂E：モノマー組成比において、スチレン／アクリル酸／メタクリル酸＝77
/10/13（質量比）であり、重量平均分子量5000、酸価150mg KOH/g、ガラス転移点107℃である樹脂。

樹脂F：モノマー組成比において、スチレン／アクリル酸／メタクリル酸＝77
25 /10/13（質量比）であり、重量平均分子量45000、酸価153mg KOH/g、ガラス転移点107℃である樹脂。

樹脂G：モノマー組成比において、スチレン／メタクリル酸メチル／アクリル酸
/メタクリル酸＝50/27/10/13（質量比）であり、重量平均分子量1
2000、酸価149mg KOH/g、ガラス転移点109℃である樹脂。

まず以下にフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物として、フタルイミドメチル化3, 10-ジクロロキナクリドンを用いた時の効果を確認するため、以下の実施例、比較例に示される水性顔料分散液を作製した。

5 (実施例1)

下記組成の混合物を、容量50Lのプラネタリーミキサー（株式会社井上製作所製 商品名「PLM-V-50V」）に仕込み、ジャケットを加温し、内容物温度が60℃になるまで低速（自転回転数：21回転/分、公転回転数：14回転/分）で混練を行い、内容物温度が60℃に達した後、高速（自転回転数：3510 回転/分、公転回転数：24回転/分）に切り替え、混練を継続した。

樹脂A	750 g
-----	-------

キナクリドン系顔料（大日本インキ化学工業（株）製 商品名「ファストゲ ンスーパーマゼンタRTS」）	4630 g
--	--------

15 フタルイミドメチル化3, 10-ジクロロキナクリドン（1分子あたりの平 均フタルイミドメチル基数 1.4）	380 g
---	-------

ジェチレングリコール	2700 g
------------	--------

34質量%水酸化カリウム水溶液	333 g
-----------------	-------

イオン交換水	200 g
--------	-------

高速への切り替え時のプラネタリーミキサー電流値は5Aであった。その後、混
20 練を継続し、プラネタリーミキサーの最大電流値が15Aを示した。最大電流値
を示してから1時間、混練を継続した後、プラネタリーミキサーの電流値は10
Aであった。この様にして得た攪拌槽内の混練物に、60℃に加温したイオン交
換水を200g加えて混練を継続し、均一に混合されたことを確認して、更に1
時間経過後200gの60℃に加温したイオン交換水を加え、同様に均一になる
25 まで混合し、混練を継続した。

最大電流値を観測してから4時間経過した時点まで混練を継続し着色樹脂組成
物を得た。得られた着色樹脂組成物にプラネタリーミキサーによる攪拌を継続し
ながら、2時間で総量6400gの60℃に加温したイオン交換水を加えた。

この水希釈後の着色樹脂組成物の固形分濃度は39.0質量%であった。更に

取り出した水希釈後の着色樹脂組成物 12 kg に、ジエチレングリコール 5.83 kg、イオン交換水 5.57 kg を分散攪拌機で攪拌しながら少量ずつ添加し、水性顔料分散液前駆体 A-1 を得た。

この水性顔料分散液前駆体 A-1 の 18 kg を、ビーズミル（浅田鉄工製 商品名「ナノミル NM-G 2 L」）にて下記条件で分散を実施し、顔料分散液 A-2 を得た。

・分散条件

	分散機	浅田鉄工製 商品名「ナノミル NM-G 2 L」
	ビーズφ	0.3 mm ジルコニアビーズ
10	ビーズ充填量	85%
	冷却水温度	10℃
	回転数	2660 回転/分 (ディスク周速: 12.5 m/sec)
	送液量	200 g/10 秒
15	分散は上記条件で、1 時間循環しながら分散処理を行った。顔料分散液 A-2 のキナクリドン系顔料濃度は 15.8 質量% であった。	

（実施例 2～実施例 4、比較例 1、比較例 3～比較例 5）

樹脂の種類、フタルイミドメチル化 3, 10-ジクロロキナクリドンの使用、
20 不使用について表 1 の配合のもとに、基本的に実施例 1 と同様の方法で、実施例 2～実施例 4、比較例 1、比較例 3～比較例 5 の水性顔料分散液 B-2、C-2、D-2、E-2、G-2、H-2、I-2 を作製した。配合量の詳細は表 1 に示す通りである。

表 1

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例3	比較例4	比較例5
樹脂	A	B	C	D	B	E	F	G
樹脂量	750	750	1000	750	1000	750	750	750
775ゲルス-ハ-マゼンタRTS	4630	4630	4750	4630	5000	4630	4630	4630
775ゲルス-ハ-マゼンタRTS	380	380	250	380		380	380	380
キナクリドンホルボン酸系化合物								
シエレングリコール	2700	2900	3200	3100	3200	2500	3300	3000
34質量%水酸化カリウム水溶液	333	335	489	322	447	331	338	329
イオン交換水	200						200	
混練用追加イオン交換水	400	800	300	300	200	200	400	500
希釈用追加イオン交換水	6400	6200	6700	6700	6000	6800	6400	6500
希釈後着色混練物の固形分濃度	39	39.9	38.5	38.1	40.4	39	38.4	39.2
希釈後の着色混練物	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000
シエレングリコール	5830	5810	1350	1490	1420	2000	1340	1610
イオン交換水	5570	6150	9750	9340	11250	9400	9700	9910
分散処理前の水性顔料分散液	A-1	B-1	C-1	D-1	E-1	G-1	H-1	I-1
分散機の送液量	200g/sec	185g/10sec	190g/10sec	195g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	195g/10sec	200g/10sec
水性顔料分散液の顔料濃度	15.8	15.8	15.4	15.8	16	15.8	15.8	15.8
水性顔料分散液	A-2	B-2	C-2	D-2	E-2	G-2	H-2	I-2

上記配合による混練時においてプラネタリーミキサーによる高速混練を行うときの混練物温度は90～95℃であった。

更に比較例2として混練工程を使用せずに、以下の方法で水性顔料分散液を作製した。

5

(比較例2)

・樹脂水溶液の作製

下記配合で樹脂Bのメチルエチルケトン溶液を作製した。

	メチルエチルケトン (以下、MEKと略記する)	50 g
10	樹脂B	50 g

これにイオン交換水247.6 g、34質量%の水酸化カリウム水溶液22.35 gの混合溶液を加え、良く攪拌し、樹脂B溶液を得た。

この樹脂B溶液について、ウォーターバス温度35℃、20 hPaの減圧条件でMEKを水とともに留去し、留去終了後、イオン交換水を追加し、固形分濃度

15 20質量%の樹脂B水溶液を得た。

・顔料分散

250 mlのポリエチレン製瓶にφ1.2 mmのジルコニアビーズ400 gを入れ、更に下記配合を行い東洋精機製ペイントコンディショナーで4時間処理した。

20	樹脂B水溶液	8.64 g
	キナクリドン系顔料 (大日本インキ化学工業 (株) 製 商品名「ファストゲ ンスーパーマゼンタRTS」)	9.25 g
	(フタルイミドメチル化3,10-ジクロロキナクリドン (1分子あたりの 平均フタルイミドメチル基数1.4)	0.75 g
25	ジエチレングリコール	20.0 g
	イオン交換水	20.0 g

処理終了後、イオン交換水10.33 gを加えて、更に30分処理した後、ビーズを濾別し、顔料分散液F-1を得た。

顔料分散液F-1のキナクリドン系顔料濃度は13.4質量%であった。

以下にフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物として、フタルイミドメチル化3, 10-ジクロロキナクリドンを用い、且つキナクリドンスルホン酸系化合物と併用した場合の効果について確認するために、以下の実施例に示される水性顔料分散液を作製した。

5

(実施例5)

・混練条件

下記組成の混合物を、プラネタリーミキサーに仕込み実施例1と同様な条件で混練を行った。

10	樹脂B	750 g
	キナクリドン系顔料 (大日本インキ化学工業 (株) 製 商品名 「ファスト ゲンスーパーマゼンタRTS」)	4250 g
	式 (III) の化合物 (1分子あたりの平均フタルイミドメチル基数1.4)	250 g
15	3, 10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩 (平均スルホン 基数1.3) の固形分濃度28.7%の含水ケーキ	1742 g
	ジエチレングリコール	2000 g
	34質量%水酸化カリウム水溶液	335 g

- 高速への切り替え時のプラネタリーミキサー電流値は5 Aであった。その後、
- 20 混練を継続し、プラネタリーミキサーの最大電流値が15 Aを示した。最大電流値を示してから3時間、混練を継続した後、プラネタリーミキサーの電流値は12 Aであった。この様にして得た攪拌槽内の混練物に、60℃に加温したイオン交換水を200 g加えて混練を継続し、均一に混合されたことを確認して、更に
- 25 るまで混合し、混練を継続した。

最大電流値を観測してから4時間経過した時点まで混練を継続し着色樹脂組成物を得た。得られた着色樹脂組成物にプラネタリーミキサーによる攪拌を継続しながら、2時間で総量5600 gの60℃に加温したイオン交換水を加えた。

水希釈後の着色樹脂組成物の固形分濃度は40.6質量%であった。更に、水

希釈後の着色樹脂組成物 12 kg に、ジエチレングリコール 2.49 kg、イオン交換水 9.88 kg を分散攪拌機で攪拌しながら少量ずつ添加し、水性顔料分散液前駆体を得た。この水性顔料分散液前駆体 J-1、18 kg を、ビーズミルにて実施例 1 と同様の条件で分散処理を実施し、水性顔料分散液 J-2 を得た。

- 5 水性顔料分散液 J-2 のキナクリドン系顔料濃度は 14.5 質量%であった。

(実施例 6、実施例 7)

- 3, 10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩に代えて、固形分濃度 28.6% の含水ケーキ状の 3, 10-ジクロロキナクリドンスルホン酸ナトリウム塩を用い、実施例 5 とほぼ同様の条件で水性顔料分散液 K-2 を作製した。更に樹脂 B に代えて樹脂 D を用い実施例 5 とほぼ同様の条件で水性顔料分散液 L-2 を作製した。配合量の詳細は表 2 に記載した通りである。
- 10

(実施例 8)

- 15 ・混練条件

下記組成の混合物を、プラネタリーミキサーに仕込み実施例 1 と同様の条件で混練を行った。

	樹脂 B	750 g
	キナクリドン系顔料 (大日本インキ化学工業 (株) 製 商品名「ファストゲ	
20	ンスーパーマゼンタ RTS)	4750 g
	式 (III) の化合物 (1 分子あたりの平均フタルイミドメチル基数 1.4)	
		250 g
	ジエチレングリコール	3000 g
	34% 水酸化カリウム水溶液	335 g

- 25 高速への切り替え時のプラネタリーミキサー電流値は 5 A であった。その後、混練を継続し、プラネタリーミキサーの最大電流値が 12 A を示した。最大電流値を示してから 1.5 時間、混練を継続した後、プラネタリーミキサーの電流値は 10 A であった。この様にして得た攪拌槽内の混練物に、60℃ に加温したイオン交換水を 200 g 徐々に加えて混練を継続した。

最大電流値を観測してから4時間経過した時点まで混練を継続し着色樹脂組成物を得た。得られた着色樹脂組成物にプラネタリーミキサーによる攪拌を継続しながら、2時間で総量6800gの60℃に加温したイオン交換水を加えた。水希釈後の着色樹脂組成物の固形分濃度は39.4質量%であった。更に、水希釈後の着色樹脂組成物12kgに、ジエチレングリコール1.61kg、イオン交換水10.02kgを分散攪拌機で攪拌しながら少量ずつ添加し、水性顔料分散液前駆体M-1を得た。

この水性顔料分散液前駆体M-1、18kgを、ビーズミルにて実施例1と同様の条件で分散処理を実施し水性顔料分散液前駆体M-2を得た。M-2のキナクリドン系顔料濃度は16.2質量%であった。

水性顔料分散液前駆体M-2に対して下記の条件にて分散処理を行い、水性顔料分散液M-3を得た。

・分散条件(2)

250mlのポリエチレン製瓶にφ1.2mmのジルコニアビーズ200gを入れ、更に下記配合を行い東洋精機製ペイントコンディショナーで30分間処理し、水性顔料分散液M-3を得た。得られた水性顔料分散液M-3中のキナクリドン系顔料濃度は12.8%であった。

水性顔料分散液前駆体M-2	62.96g
3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸ナトリウム塩(平均スルホン基数1.3)の固形分濃度10.0%の含水スラリー	12.63g
イオン交換水	4.41g

(実施例9)

樹脂Bに代えて樹脂Dを使用し実施例9とほぼ同様な条件で水性顔料分散液N-3を作製した。配合量の詳細は表2に記載した通りである。

表 2

		実施例5		実施例6		実施例7		実施例8		実施例9	
		B	D	B	D	B	D	B	D	B	D
混練	樹脂										
	樹脂量										
	アスチン-ハーマンRTS	750	750	750	750	750	750	750	750	750	750
	アクリルメチル化3,10-ジクロロキナクリン	4250	4250	4250	4250	4250	4250	4750	4750	4630	4630
	キナクリンスルホン酸系化合物の含水ケーキ	250	250	250	250	250	250	250	250	380	380
	上記含水ケーキの濃度	1742	1746	1746	1746	1746	1746				
	シエレンリコール	28.7%	28.6%	28.6%	28.6%	28.6%	28.6%				
	34質量%水酸化カリウム水溶液	2000	2000	2000	2000	2000	2000	3000	3000	3100	3100
	混練用追加イオン交換水	335	335	335	335	335	335	335	335	332	332
	混練用追加ジエレンリコール	400	200	200	200	200	200	200	200	300	300
分散 I	希釈用追加イオン交換水										
	希釈後着色混練物の固形分濃度	5600	6000	6000	6000	6000	6000	6800	6800	6700	6700
	希釈後の着色混練物	40.6	42	42	41.2	41.2	41.2	39.4	39.4	38.1	38.1
	シエレンリコール	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000	12000
	イオン交換水	2490	2410	2410	2360	2360	2360	1610	1610	1490	1490
	分散処理前の水性顔料分散液	9880	10820	10820	10330	10330	10330	10020	10020	9340	9340
	分散機の送液量	J-1	K-1	K-1	L-1	L-1	L-1	M-1	M-1	N-1	N-1
	水性顔料分散液の顔料濃度	200g/10sec	190g/10sec	190g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	200g/10sec	200g/10sec
	水性顔料分散液	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5	16.2	16.2	15.8	15.8
	水性顔料分散液	J-2	K-2	K-2	L-2	L-2	L-2	M-2	M-2	N-2	N-2
分散 II	水性顔料分散液										
	水性顔料分散液							62.96	62.96	66.55	66.55
	10質量%キナクリンスルホン酸系化合物イオン交換水							12.63	12.63	6.38	6.38
	分散II後の分散液の顔料濃度							4.41	4.41	7.06	7.06
	分散II後の水性顔料分散液							12.8	12.8	13.1	13.1

上記配合による混練時においてプラネタリーミキサーによる高速混練を行うときの混練物温度は90～95℃であった。

(水性顔料分散液の評価)

- 5 上述の様に得られた実施例、比較例の水性顔料分散液について、Leeds & Northrup社製マイクロトラックUPA粒度分析計でセル温度25℃にて粒径測定を実施した。その際、粒径測定サンプルは、各サンプルともにイオン交換水でキナクリドン系顔料濃度を12.5%に希釈して調製し、更にイオン交換水で500倍に希釈した。結果を表3、表4に示す。

10

(分散安定性の評価)

- 実施例、比較例の水性顔料分散液について、分散液の評価と同様に、それぞれキナクリドン系顔料濃度が12.5質量%になるようにイオン交換水を加えて調整を行った。顔料濃度の調整を行った分散液について、スクリー管等のガラス
- 15 容器に密栓し、60℃の恒温器で1週間の加熱試験を行い、加熱試験前後の粒径変化を観察することにより、分散安定性の評価を実施した。結果を表3、表4に示す。

表 3

	分散液	樹脂番号	樹脂組成 St/MMA/AA/MA A	重量平均分子 量	体積平均 粒径 (nm)	加熱試験後の 体積平均粒径 (nm)	変化率
実施例1	A-2	A	77/0/10/13	11000	108	112	4%
実施例2	B-2	B	77/0/10/13	11000	106	103	-3%
実施例3	C-2	C	77/0/10/13	20000	116	116	0%
実施例4	D-2	D	77/0/0/23	10700	125	134	7%
比較例1	E-2	B	77/0/10/13	11000	127	142	12%
比較例2	F-1	B	77/0/10/13	11000	137	145	6%
比較例3	G-2	E	77/0/10/13	5000	107	116	8%
比較例4	H-2	F	77/0/10/13	45000	118	115	-3%
比較例5	I-2	G	50/27/10/13	12000	115	117	2%

表3はフタルイミドメチル化3、10-ジクロロキナクリドンの添加と、スチレン系樹脂の変更に伴う水性顔料分散液の分散性を表す表である。フタルイミドメチル化3、10-ジクロロキナクリドンの添加の無い比較例1は、加熱時の分散安定性が劣る。スチレン系樹脂については、スチレン、アクリル酸、メタクリル酸の3種のモノマーの共重合によって得られるものがより分散安定性が良好で、更に重量平均分子量が高いもののほうが安定な傾向がある。

表4

	分散液	樹脂番号	樹脂組成 St/MMA/AA/MA A	重量平均 分子量	体積平均 粒径(n m)	加熱試験後の 体積平均粒径 (nm)	変化率
実施例5	J-2	B	77/0/10/13	11000	120	126	5%
実施例6	K-2	B	77/0/10/13	11000	117	119	2%
実施例7	L-2	D	77/0/0/23	10700	115	115	0%
実施例8	M-3	B	77/0/10/13	11000	105	108	3%
実施例9	N-3	D	77/0/0/23	10700	127	130	2%

表4はフタルイミドメチル化3、10-ジクロロキナクリドンとキナクリドンスルホン酸系化合物の併用による水性顔料分散液の分散性への効果を示す表である。基本的に良好な分散安定性を示していることがわかる。

各実施例及び各比較例で得られた水性顔料分散液にイオン交換水を加えて、キナクリドン系顔料濃度10質量%の水性顔料希釈液50.0gを調製した。インク組成物の調製はこの水性顔料希釈液を用い、キナクリドン系顔料濃度が5%になるように、下記に示すようなHLB値が異なり疎水性の異なる界面活性剤を用いる2種のインク配合のどちらかにおいて実施した。インク組成Aとインク組成Bを比較した場合、使用する界面活性剤の影響によりインク組成物の分散安定性が異なり、インク組成Bがより安定である傾向が認められる。

20

(インク組成A)

水性顔料希釈液	50.0g
2-ピロリジノン	8.0g
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	8.0g
グリセリン	3.0g

25

界面活性剤（エアープロダクツ社製 商品名「サーフィノール440」）

0.5 g

イオン交換水

30.5 g

（インク組成B）

5 水性顔料希釈液 50.0 g

2-ピロリジノン 8.0 g

トリエチレングリコールモノブチルエーテル 8.0 g

グリセリン 3.0 g

界面活性剤（エアープロダクツ社製 商品名「サーフィノール465」）

10 0.5 g

イオン交換水 30.5 g

（参考例）

（インク組成Aとインク組成Bのインク組成物に与える影響の比較）

15 以下にインク組成Aとインク組成Bについて分散安定性の状況の差違を比較する。

実施例2で作製した水性顔料分散液B-2より前述のように水性顔料希釈液を調製後、インク組成Aとインク組成Bの2種のインク組成物を調製した。得られたインク組成物について、スクリー管等のガラス容器に密栓し、70℃の恒温器で1週間の加熱試験を行い、加熱試験前後の粒径及び粘度変化を観察することにより、インク組成物の安定性の評価を実施した。結果を表5及び表6に示す。インク組成Bの方が分散安定性が得られやすい組成であることがわかる。

20 粒径測定はインク組成物をイオン交換水で100倍に希釈した以外は、水性顔料分散液の評価と同様に行った。粘度はE型粘度計（東京計器（株）社製 商品名「VISCOMETER TV-20」）を用いて25℃にて測定した。

この結果から、通常の評価ではインク組成Bを用い、分散安定性の優れたインク組成物については、効果が明確になるようにインク組成Aを用いて評価を行った。

表 5

	加熱試験前の 体積平均粒子 系 (nm)	加熱試験後の 体積平均粒子 系 (nm)	変化率	加熱試験前の 粘度 (mPa・s)	加熱試験後の 粘度 (mPa・s)	変化率
インク組成A	98	111	13%	3.08	3.80	23%
インク組成B	99	101	2%	3.26	3.32	2%

(インク組成物の安定性試験)

- 5 得られたインク組成物について、スクリー管等のガラス容器に密栓し、70℃の恒温器で1週間の加熱試験を行い、加熱試験前後の粒径及び粘度変化を観察することにより、インク組成物の安定性の評価を実施した。

粒径測定はインク組成物をイオン交換水で100倍に希釈した以外は、水性顔料分散液の評価と同様に行った。粘度はE型粘度計（東京計器（株）社製 商品

- 10 名「VISCOMETER TV-20」を用いて25℃にて測定した。

結果を表6に示す。

(インクジェット記録適性評価)

- 15 得られた加熱試験前のインク組成物をサーマルジェット方式のインクジェットプリンターであるヒューレットパッカード社製 商品名「DeskJet 957C」のブラックペンに搭載し、印字試験を実施した。

具体的には、A4の用紙にベタ印字と細線印字を行い、インクの吐出状態を観察した。

結果を表6に示す。ここで評価に用いた目視用の基準は以下の通りである。

- 20 インクジェット記録適性評価について

◎：全ての印字サンプルにおいて、均一なベタ印字で細線部でも吐出不良が無い

○：ベタ印字でやや均一性に欠けるが、細線部では吐出不良が無い

△：ベタ印字で均一性が劣り、細線部では吐出不良は無いが、印字位置ずれが見られる。

- 25 ×：ベタ印字で吐出不良による印字ムラが見られ、細線部でも吐出不良による印字欠けが一部見られる。

××：吐出不良が多発する。

を表す。

同様に、得られた加熱試験前のインク組成物をピエゾジェット方式のエプソン社製 商品名「EM-900C」のブラックペンに搭載し、印字試験を実施した。

具体的には、A4の用紙にベタ印字と細線印字を行い、インクの吐出状態を観
5 察したが、実施例、比較例ともに特に問題は認められなかった。

表 6

使用分散液	種類	樹脂		顔料誘導體		粒径										インジエツト記録適性
		組成	重量平均分子量	式 I	スルホン酸系	混練工程	分散工程	イック組成	加熱試験前	加熱試験後	変化率	加熱試験前	加熱試験後	変化率		
実施例5	J-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	A	107	110	3	3.14	3.21	2	○
実施例6	K-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	A	110	108	-2	3.03	3.03	0	◎
実施例7	L-2	D	77/23	10700	○	○	○	1段	A	120	124	3	3.01	2.78	5	○
実施例8	M-3	B	77/10/13	11000	○	○	○	2段	A	110	106	-4	4.19	3.03	-28	◎
実施例9	N-3	D	77/23	10700	○	○	○	2段	A	125	135	8	3.6	3.85	7	○
参考例	B-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	A	98	111	13	3.08	3.8	23	○
実施例1	A-2	A	77/10/13	11000	○	○	○	1段	B	102	108	6	3.15	3.24	3	◎
実施例2	B-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	B	99	101	2	3.26	3.32	2	◎
実施例3	C-2	C	77/10/13	20000	○	○	○	1段	B	107	108	1	3.22	3.21	0	◎
実施例4	D-2	D	77/23	10700	○	○	○	1段	B	121	128	6	3.18	3.2	1	○
比較例1	E-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	B	125	243	94	2.97	4.85	63	x
比較例2	F-2	B	77/10/13	11000	○	○	○	1段	B	129	215	67	3.42	7.77	127	△
比較例3	G-2	E	77/10/13	5000	○	○	○	1段	B	111	122	10	2.81	3.24	15	○
比較例4	H-2	F	77/10/13	45000	○	○	○	1段	B	118	118	0	4.12	4.02	-2	x x
比較例5	I-2	G	50/27/10/13	12000	○	○	○	1段	B	115	118	3	3.01	3.05	1	△

表6に示した通り、フタルイミドメチル化3, 10-ジクロロキナクリドンとキナクリドンスルホン酸系化合物を併用した実施例5～実施例9の水性顔料分散液は、これをもとに水性インク組成物を調製した時に、優れた加熱時の分散安定性と、優れたインクジェット記録適性を有することがわかる。

- 5 フタルイミドメチル化3, 10-ジクロロキナクリドンのみを用いた実施例1～実施例4も良好な特性を有するが、インク組成を考慮すれば実施例5～実施例9のほうが加熱時の分散安定性が優れていることが明かである。フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を用いない比較例1は加熱試験後の粒径、粘度の増加率が大きく加熱時の安定性が劣っている。フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を用いたとしても、混練工程を経由しない比較例2はやはり加熱試験後の粒径、粘度の増加率が大きく加熱時の安定性が劣っている。比較例3はインクジェット記録適性は良好であるが、加熱時の分散安定性の点で実施例1～実施例4より劣っており、樹脂の重量平均分子量の影響があることが分かる。重量平均分子量の大きな樹脂を用いた比較例4は分散安定性は良好であるがサーマルジェット方式のインクジェットプリンターによる記録適性が悪い。50質量%以上のスチレン系モノマー単位を含む4成分系の樹脂を用いた比較例5も分散安定性は悪くないが、実施例1～4ほどの良好な記録特性が得られない。
- 10
- 15

産業上の利用の可能性

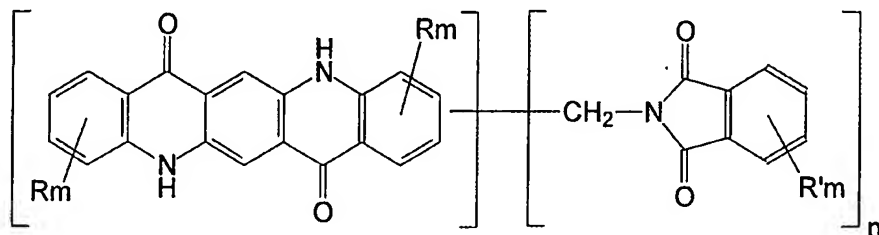
- 20 本発明によって、製造した水性顔料分散液を更に水性媒体で希釈し、必要に応じて各種添加剤を添加することにより、顔料粒子の粒径が非常に小さく分散安定性の優れたインクジェット記録用水性インクを効率よく得ることができるため、産業上きわめて有効である。

請求の範囲

1. スチレン系樹脂とキナクリドン系顔料とフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とアルカリ金属水酸化物、及び湿潤剤を含有する混合物を混練して固
5 形の着色混練物を製造する混練工程と、前記固形の着色混練物を水性媒体中へ分散させる分散工程を有し、前記スチレン系樹脂は全モノマー成分に対して60質量%以上のスチレン系モノマー単位と、ラジカル重合性の二重結合を有する不飽和脂肪族カルボン酸を含有するモノマー単位と、50～300の酸価、及び7500～40000の重量平均分子量を有するインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法。
10
2. 請求項1に記載のインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法であって、前記混練工程または前記分散工程においてキナクリドンスルホン酸系化合物を添加する。
15
3. 請求項1に記載のインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法であって、前記スチレン系樹脂は、全モノマー成分に対して60質量%以上のスチレン系モノマー単位と、アクリル酸モノマー単位及びメタクリル酸モノマー単位を含有する。
20
4. 請求項1又は請求項2に記載のインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法であって、前記混練工程においては、キナクリドン系顔料とフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物の合計100重量部に対するスチレン系樹脂の割合は10～50質量%であり、前記合計1
25 00重量部に対する湿潤剤の割合は40～80質量部であり、混練中の混練物の固形分比率は50～80質量%である。
5. 請求項1又は請求項2に記載のインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法であって、前記スチレン系樹脂のガラス転移点は90℃以上である。

6. 請求項1又は請求項2に記載のインクジェットインク用水性顔料分散液の製造方法であって、前記アルカリ金属水酸化物の配合量は、前記スチレン系樹脂のカルボキシル基全てを中和するのに必用な量の0.8～1.2倍に相当する量である。

7. 請求項1に記載の水性顔料分散液の製造方法であって、前記フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物は、式(I)



10

... (I)

(式中、RとR'とは互いに独立的に水素、ハロゲン、炭素数1～5のアルキル基または炭素数1～5のアルコキシ基であり、mは0、1または2であり、nは1～4である)

で表される化合物である。

15

8. 請求項1に記載の水性顔料分散液の製造方法であって、前記キナクリドン系顔料はC. I. ピグメントレッド122である。

9. 請求項1～請求項3、請求項7、および請求項8のいずれか1項に記載の製造方法で製造されたインクジェットインク用水性顔料分散液を主成分とするインクジェット記録用インク組成物。

10. 請求項9に記載のインクジェット記録用インク組成物であって、前記インクジェット記録用インク組成物はサーマルジェット方式のプリンターに用いられる。